

# BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-218104

(43) 公開日 平成8年(1996)8月27日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F 3/14			B 2 2 F 3/14	A
C 2 2 C 1/10			C 2 2 C 1/10	J

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平7-46633	(71) 出願人	000004215 株式会社日本製鋼所 東京都千代田区有楽町一丁目1番2号
(22) 出願日	平成7年(1995)2月13日	(72) 発明者	黒政 肇 北海道室蘭市茶津町4番地 株式会社日本製鋼所内
		(72) 発明者	今下 清隆 北海道室蘭市茶津町4番地 株式会社日本製鋼所内
		(74) 代理人	弁理士 横井 幸喜

(54) 【発明の名称】 炭化物分散焼結合金の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 特性の部分的バラツキが少ない炭化物分散焼結合金を製造する。

【構成】 真空焼結に際し、加熱温度が固相線温度を超えた高温の領域で、雰囲気圧を1 Torr以上に昇圧する。

【効果】 脱酸、緻密化が十分になされとともに成分の偏析が防止され、均質で良好な機械的性質を有する炭化物分散焼結合金が得られる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粉体を真空中で加熱し焼結することによってマトリックス中に炭化物が分散した炭化物分散焼結合金を製造する方法において、焼結に際し、加熱温度が少なくともマトリックスの固相線温度を超えた高温の領域では、雰囲気圧を1 Torr以上に昇圧することを特徴とする炭化物分散焼結合金の製造方法

【請求項2】 昇圧前の雰囲気圧は、 $10^{-1}$  Torr以下であることを特徴とする請求項1記載の炭化物分散焼結合金の製造方法

【請求項3】 昇圧は、昇圧前雰囲気中に非酸化性ガスを導入することによって行うことを特徴とする請求項1または2に記載の炭化物分散焼結合金の製造方法

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、炭化物をFe基等のマトリックスに分散させた高強度、高靱性の炭化物分散焼結合金の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】炭化物をFe基等のマトリックスに分散させた炭化物分散焼結合金は、優れた強度と靱性とを有しており、これら性質が必要とされる種々の用途に使用されている。例えば、炭化物としてTiC、Mo<sub>2</sub>C等を用い、マトリックスとして炭素量が少なく、Ni、Coなどを多量に含有させたマルエージ鋼を用いた焼結鋼は、特に高い強度と靱性とを有しており、構造用だけでなく、工具材料等としての利用も図られている。

【0003】この焼結鋼の一般的な製造方法は、炭化物粉末とFe基マトリックス粉末とを混合して加圧成形し、この圧粉体を加熱して焼結するものであり、焼結後、必要に応じて所定の熱処理を行っている。ところで、上記した焼結では、圧粉体粒子の緻密化が十分に進行して良好な機械的性質が得られるように、液相が十分に出る高温域の温度にまで加熱する高温（液相）焼結が採用されており、上記したマルエージ鋼マトリックスの場合には、1350℃を越える温度域にまで加熱している。また、この高温域での粉末粒子の酸化を防止するとともに、脱ガスおよび粉末粒子の脱酸をするために、真空雰囲気にして焼結を行っており、これら目的を達成するために、その雰囲気圧は $10^{-1}$  Torr以下（一般には $5 \times 10^{-2}$  Torr以下）にすることが必要とされている。上記製造方法により得られた焼結合金は、超硬合金やサーメットと異なり、通常の機械加工（フライス加工や旋削加工）が可能であり、工具材料等の各種用途への適用が可能である。また、上記焼結合金は、冷間工具鋼や高速度工具鋼に比べて、より多くの炭化物や比重の小さい炭化物を均一に分散させることができ、耐摩耗性等の優れた特性を容易に得ることができるという利点を有している。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記した従来の焼結方法は、上記したような種々の利点を有するものの、焼結体内の成分偏析が大きく、均質な焼結体が得られないという問題がある。特に、工具材料として使用する場合には、成分偏析に伴う硬度などのバラツキによって耐久性が著しく低下するという問題があり、また押出機のカッター刃やダイスなどの熱間加工用として使用する場合には、さらに、ヒートチェックの要因にもなる。本発明者らは、上記した成分偏析の原因を探索するべく研究を進めたところ、上記の現象は、液相が十分に出る高温で焼結を行っていることと、高い真空度の雰囲気下で焼結を行っていることの二点に起因して発生していることを見出した。そこで、焼結温度を、液相があまり出ない低い温度域（例えば1350℃以下）にまで下げることによって上記問題を解決する方法が考えられるが、この場合には、焼結体の緻密化が十分に進行せず、良好な機械的性質が得られないという欠点がある。また、高温焼結のままで雰囲気圧を従来よりも高い圧力としたり、真空中でなく非酸化性ガス雰囲気下で焼結することも可能であるが、これらの場合には、脱ガスや粉末粒子の脱酸効果が得られないという欠点がある。

【0005】本発明は、上記事情を背景としてなされたものであり、高温真空雰囲気下での焼結による粉体の緻密化および脱酸の作用が十分に得られるとともに、成分偏析を少なくして均質で機械的性質の良好な焼結体を製造することができる炭化物分散焼結体の製造方法を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するため、本発明のうち第1の発明は、粉体を真空中で加熱し焼結することによってマトリックス中に炭化物が分散した炭化物分散焼結合金を製造する方法において、焼結に際し、加熱温度が少なくともマトリックスの固相線温度を超えた、高温の領域では、雰囲気圧を1 Torr以上に昇圧することを特徴とする。また、第2の発明は、第1の発明において、昇圧前の雰囲気圧が、 $10^{-1}$  Torr以下であることを特徴とする。さらに、第3の発明は、第1または第2の発明において、昇圧は、昇圧前雰囲気中に非酸化性ガスを導入することにより行うことを特徴とする。

【0007】本発明の炭化物分散焼結合金としては、炭化物の種別、量等を含めて種々のものがあり、例えば、炭化物をFe基マトリックス中に、35重量%程度まで分散させたものが挙げられる。また、炭化物としては、TiC、Mo<sub>2</sub>C等が挙げられるが、その他に所望により少量の窒化物粒子等を分散させたものでもよく、要は、炭化物が主として分散しているものであればよい。Fe基マトリックスとしても種々の成分のものがあり、例えば、マルエージ鋼を挙げることができる。この成分

4%と、0.6~1%のAl、TiまたはNbの1種以上とを含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるものが挙げられる。

【0008】これらの材料の粉末は、一般には常法により成形され、この粉体が焼結に供される。焼結は、第2の発明に示すように、所定の温度までは、 $10^{-1}$ Torr以下の真空下で行われ、その温度以上では雰囲気圧を昇圧させ、十分に液相が出現する高温に加熱して液相焼結する。なお、所定の温度までは、さらに高真空にして $10^{-2}$ Torr以下にすることも可能であり、これにより焼結合金の靱性をさらに向上させることができる。同様の理由で $5 \times 10^{-3}$ Torr以下が望ましい。昇圧させる温度としては、少なくともマトリックスの固相線温度を超えることが必要であり、さらには、固相線温度を20℃以上越えるのが望ましい。

【0009】また雰囲気圧は、本発明としては1Torr以上に昇圧させるが、5Torr以上に昇圧させるのが望ましい。また、昇圧時に導入するガスとしては、Ar、N<sub>2</sub>等の不活性ガスやH<sub>2</sub>等の還元性ガスを非酸化性ガスとして用いることができる。この場合、導入ガスが焼結体の特性に悪影響を与えないことが必要であり、例えば、必要に応じて行われる場合と異なり、導入ガスによって望まない窒化等が生じるものであってはならない。上記した焼結後には、常法によって冷却し、さらに機械加工や熱処理を行うことができる。

【0010】

【作用】すなわち本願発明によれば、固相線温度を超える所定の温度よりも低い温度域では、粉体は高い真空度の雰囲気中で加熱されており、粒子の酸化が防止されるとともに脱ガス、脱酸が十分に進行する。そして、所定温度以上の高温領域では、1Torr以上に昇圧されており、成分の偏析が抑制された状態で焼結が進行する。これらの結果、均質で機械的性質も良好な炭化物分散焼結合金が得られる。以下に、本発明で定めた温度条件等について説明する。

【0011】(昇圧温度)昇圧させる温度としては、液相が出現し始めて成分の偏析が生じやすくなる固相線温度(Fe基マトリックスの成分によって異なる)を基準として、この温度を超える範囲で選定する。さらには、固相線温度を20℃以上越える温度で昇圧させるのが望ましい。これは、固相線温度を越えてもある程度は脱酸が進んでおり、脱酸効果を十分に得るためには、固相線温度を越えた後、直ちに昇圧するのではなく、ある程度は高真空下での加熱を続行するのが望ましいからである。また昇圧は、恒温保持する最高加熱温度にて初めて行うことも可能であり、進行させたい脱酸の程度と、成分偏析の解消の程度とを勘案して、昇圧温度を適宜定めることができる。但し、偏析を有効に防止するために、液相線温度-10℃以下の温度で昇圧するのが望ましい。

【0012】(雰囲気圧)昇圧前の加熱は、十分な脱酸効果が得られるように $10^{-1}$ Torr以下の高真空下で行うのが望ましく、その後の加熱では1Torr以上に昇圧する。これは、1Torr未満では十分に成分の偏析を防止することができず、昇圧効果が十分に得られないためであり、同様の理由で5Torr以上がより望ましい。また、昇圧時の雰囲気圧の上限は本発明としては特に定めないが、引続き、脱ガス効果が得られるように減圧状態を維持するのが望ましく、さらに30Torr以下が望ましい。これは、30Torrを越えても昇圧による効果は飽和し、かえって製造コストを増大させるためである。

【0013】

【実施例】以下に示す原料粉末を配合して、2-プロパノールを溶媒として湿式ボールミルで24時間の混合を行った。

(原料粉末)

TiC (1~2μm)	30	重量%
Mo <sub>2</sub> C (平均約3μm)	5	"
Co (平均約1.5μm)	22	"
Ni (3~7μm)	12.5	"
Al (平均約10μm)	0.8	"
Ti (44μm以下)	0.8	"
Fe (4~6μm)	残	

【0014】上記混合粉末を17(t)×32(w)×130(L)mmの空間を有するゴムモールドに充填・封止し、1500kgf/cm<sup>2</sup>の圧力でCIP成形した。この圧粉体を900℃に加熱して2時間保持し、さらに1420℃に昇温させて6時間保持する加熱焼結を行い、その後、約1.5気圧のN<sub>2</sub>ガスを導入して急冷した。上記焼結に際しては、本発明法では、1350℃に昇温するまでは $5 \times 10^{-2}$ Torrの雰囲気圧とし、1350℃以上では10Torrに昇圧した。一方、比較法では、1250℃に昇温するまでは $5 \times 10^{-2}$ Torrの雰囲気圧として、1250℃以上では10Torrに昇圧し、従来法では、一貫して $5 \times 10^{-2}$ Torrの雰囲気圧とした。なお、これら供試材におけるマトリックスの固相線温度は、約1280℃である。次いで、得られた焼結体(供試材)に850℃×4時間の溶体化処理、-196℃×1時間のサブゼロ処理を施し、さらに、500℃×6時間の時効処理を行った。

【0015】上記熱処理後の供試材に対し、異なる位置でロックウェルCスケール硬さを測定し、さらに3点曲げ試験により抗折力を測定し、その結果を図2に示した。なお、測定は、図1に示すように、供試材を中央で縦切断し、この断面部において中心からの水平距離を0、4、8、11、13mm、上面からの深さを2mmピッチで変えて行った。測定の結果、本発明法により得られた供試材(発明材)は、測定位置に拘わらずバラツキが少なく、かつ良好な硬さが得られており、また、抗折力も高く、靱性にも優れている。これに対し、本発明

法の条件を外れた比較法による供試材（比較材）では、機械的性質のバラツキは小さいものの、抗折力が大きく劣っている。また、従来法による供試材（従来材）では、抗折力は良好ではあるものの、表面側と内部側とで硬さが大きく異なっており、機械的性質のバラツキが多くでている。したがって、本発明法により製造された焼結鋼は、機械的性質のバラツキが大きく問題となる工具材料として好適であり、特に機械的性質の均質性、高い硬度、靱性が要求とされる樹脂押出機のベレタイザー用カッター刃として最適である。

#### 【0016】

【発明の効果】以上説明したように本発明の炭化物分散焼結合金の製造方法によれば、真空焼結加熱の際に、マトリックスの固相線温度を超えた所定温度以上の温度域

では、雰囲気圧を1Torr以上に昇圧するので、真空下での脱酸効果が得られるとともに、成分偏析が防止され、均質で、かつ機械的性質に優れた炭化物分散焼結合金が得られる効果がある。

#### 【図面の簡単な説明】

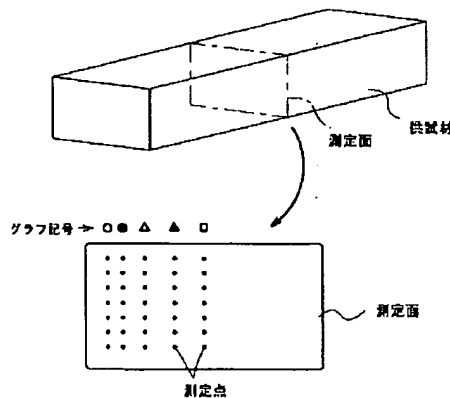
【図1】実施例における供試材の斜視図および測定面を示す拡大図である。

【図2】同じく、本発明法により得られた供試材（発明材）の硬さ分布および平均抗折力を示すグラフである。

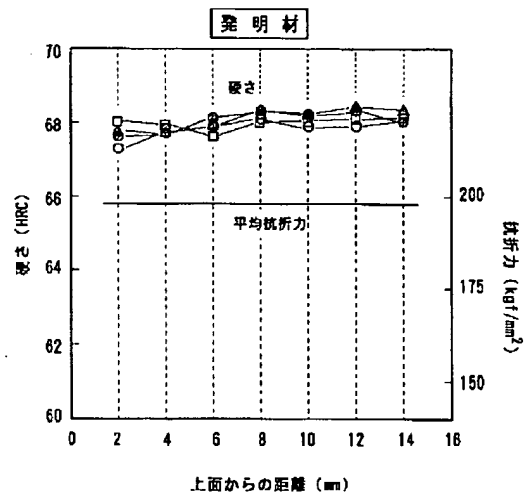
10 【図3】同じく、比較法により得られた供試材（比較材）の硬さ分布および平均抗折力を示すグラフである。

【図4】同じく、従来法により得られた供試材（従来材）の硬さ分布および平均抗折力を示すグラフである。

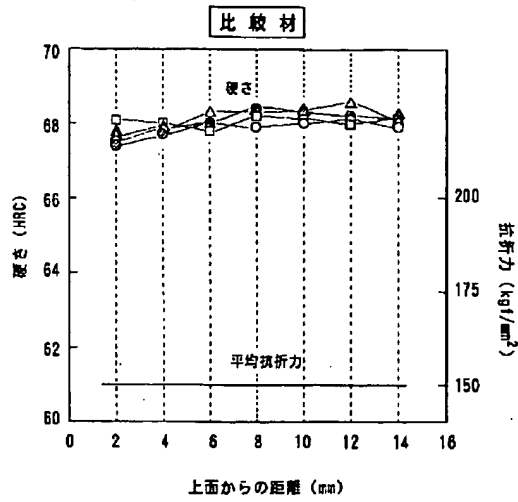
【図1】



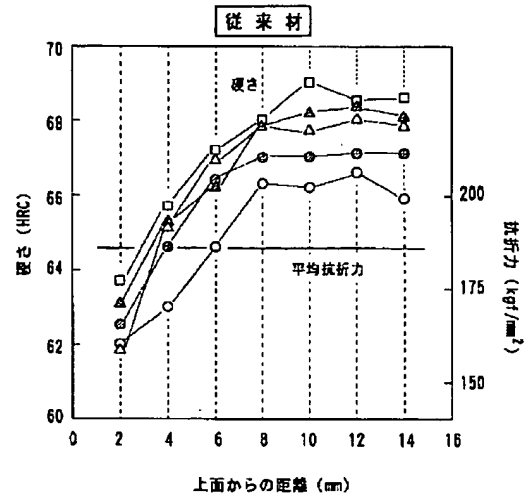
【図2】



【図3】



【図4】



PAT-NO: JP408218104A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 08218104 A

TITLE: PRODUCTION OF CARBIDE DISPERSED SINTERED ALLOY

PUBN-DATE: August 27, 1996

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

KUROMASA, HAJIME

IMASHITA, KIYOTAKA

INT-CL (IPC): B22F003/14, C22C001/10

ABSTRACT:

**PURPOSE:** To produce a homogeneous sintered alloy small in componental segregation and good in mechanical properties, at the time of producing a carbide-dispersed sintered alloy, by increasing the atmospheric pressure to specified value or above in a high temp. region exceeding the solidus temp. of the matrix as for the heating temp. in sintering.

**CONSTITUTION:** Fe-base matrix powder (such as maraging steel) and carbide powder (such as TiC) are mixed, which is compacted, is heated in a vacuum ( $\leq 10^{-5}$  Torr) and is sintered to disperse the carbides into the matrix, by which a carbide-dispersed sintered alloy is produced. In this case, at the time of the sintering, in a high temp. region at least exceeding the solidus temp. of the matrix as for the heating temp., a nonoxidizing gas is introduced into the atmosphere to increase the atmospheric pressure to  $\geq 1$  Torr (preferably to  $\geq 5$  Torr). Thus, deoxidizing effect is obtd. in a vacuum, and componental segregation is prevented under high pressure, by which the homogeneous carbide-dispersed sintered alloy excellent in mechanical properties can be obtd.

COPYRIGHT: (C)1996, JPO

----- KWIC -----

Abstract Text - FPAR (1):

**PURPOSE:** To produce a homogeneous sintered alloy small in componental segregation and good in mechanical properties, at the time of producing a carbide-dispersed sintered alloy, by increasing the atmospheric pressure to specified value or above in a high temp. region exceeding the solidus temp. of the matrix as for the heating temp. in sintering.

Abstract Text - FPAR (2):

CONSTITUTION: Fe-base matrix powder (such as maraging steel) and carbide powder (such as TiC) are mixed, which is compacted, is heated in a vacuum ( $\leq 10^{-5}$  Torr) and is sintered to disperse the carbides into the matrix, by which a carbide-dispersed **sintered alloy** is produced. In this case, at the time of the sintering, in a high temp. region at least exceeding the solidus temp. of the matrix as for the heating temp., a nonoxidizing gas is introduced into the atmosphere to increase the atmospheric pressure to  $\geq 1$  Torr (preferably to  $\geq 5$  Torr). Thus, deoxidizing effect is obtd. in a vacuum, and componental segregation is prevented under high pressure, by which the homogeneous carbide-dispersed **sintered alloy** excellent in mechanical properties can be obtd.

Title of Patent Publication - TTL (1):

PRODUCTION OF CARBIDE DISPERSED **SINTERED ALLOY**

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**